

⑩ 日本国特許庁 (JP) ⑪ 特許出願公開  
 ⑫ 公開特許公報 (A) 昭61-76502

⑤Int.Cl.<sup>4</sup>  
 C 08 B 37/06

識別記号 庁内整理番号  
 7133-4C

⑥公開 昭和61年(1986)4月19日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全4頁)

④発明の名称 部分アミド化ベクチンの製造方法

②特 願 昭59-198334

②出 願 昭59(1984)9月21日

⑦発明者	鈴木 晶二	富山市海岸通3番地 三菱アセテート株式会社内
⑦発明者	二宮 弘文	富山市海岸通3番地 三菱アセテート株式会社内
⑦発明者	吉井 秀樹	富山市海岸通3番地 三菱アセテート株式会社内
⑪出願人	三菱アセテート株式会社	東京都中央区京橋2丁目3番19号
⑯代理人	弁理士 吉沢 敏夫	

明細書

1. 発明の名称

部分アミド化ベクチンの製造方法

2. 特許請求の範囲

1. 乾燥状態のベクチン含有植物を酸で膨潤させてベクチンを部分的に脱メトキシル化し、次いでベクチンを溶解して不溶解分を分離した後ベクチンを沈殿させ、得られる沈殿物に実質上沈殿が溶解しない状態でアンモニア水を作用させて部分的に脱メトキシル化し、部分アミド化する部分アミド化ベクチンの製造方法。

2. 脱メトキシル化に用いる酸の量が抽出に必要な酸の量と同等又はそれ以下の量を特徴とする特許請求の範囲第1項記載のベクチンの製造方法。

3. 脱メトキシル化に用いる酸が水溶液であり、その溶液の濃度が0.1規定以上であり、且つ、溶液の量が乾燥状態の該植物の重量以下となる量を用いることを特徴とする特許請求の範囲第1項記載のベクチンの製造方法。

3. 発明の詳細な説明

【産業上の利用分野】

本発明はベクチンの製造方法に関する。更に詳しくは柑橘類果皮等ベクチン含有植物からベクチンを抽出するに際してベクチンの部分的にメチルエステル化されているD-ガラクトロン酸のエステル部分を部分的に脱メトキシル化し、且つ、部分アミド化するアミド型ベクチンの製造方法に関する。

ベクチン分子中のD-ガラクトロン酸のメトキシル化度によってベクチンの性質が異なり、メトキシル化度50%以上のものはハイメトキシル(HM)ベクチン、50%以下のものはロウメトキシル(LM)ベクチンと分類される。さらにHMベクチンにおいてはそのメトキシル化度によりゲル化速度が異なってくるのでそのメトキシル化度によりラピッドセット、ミディアムセット、スローセットに分けられている。LMベクチンにおいてもメトキシル化度によりゲルの硬さや弾力性等性質が異なってくるのでベクチンを製造する上で

メトキシル化度の調節は重要である。

又、LMベクチンには酸等で抽出したままのLMベクチンと部分アミド化したLMベクチンの2種類があり、部分アミド化ベクチンはカルシウムによるゲル化にあたり最適ゲル化カルシウム濃度範囲が広く、良好なゲルを容易に得ることができ、さらに、比較的強度の高いゲルを得易いという特徴を有する。

#### 【従来の技術】

ベクチンの脱メトキシル化を行なわないのでベクチンを製造すると例えばレモン搾汁果皮からのベクチンでは70~75%、オレンジ搾汁果皮からでは67~72%程度といらメトキシル化度の高いわゆるラビッドセットHMベクチンしか得られない。所望のメトキシル化度のベクチンを得るためにには酸、アルカリ或いは酵素により脱メトキシル化する必要があり、この時にアルカリとしてアンモニアを用いると同時に部分アミド化もおこつて部分アミド化ベクチンとなる。

部分アミド化LMベクチンの製造法としては通

常のベクチン製造工程において抽出、沈殿してえられる粗製ベクチンをアンモニアとアルコールの混合物で処理する方法と、粗製ベクチンを酸含有アルコールで処理した後アンモニアとアルコールの混合物で処理する方法がある。

#### 【発明が解決しようとする問題点】

これらの方法の中で、前者の方法は脱メトキシル化と部分アミド化を一段で行なうため必要な程度まで脱メトキシル化を行なわねばならないのでアンモニア濃度を高くしたり、反応時間を長くしたりする必要がある。このように厳しい条件で脱メトキシル化を行なうと、特にアンモニアの様なアルカリ存在下ではグリコシド結合の開裂等によるベクチンの分子量低下即ち品質の低下は避けられず、場合によっては製品収率も低下する。

後者の場合、第1段の処理方法としては得られた脱水沈殿に対し酸水溶液/アルコールの容量比が1/1~1/2程度、該沈殿/酸含有アルコールの重量/容量比が1/1~1/3程度で且つ酸の系全体に対する濃度が1~3規定程度で数十分

間反応させるものである。この反応を終了させるに際し系にアルカリを添加して中和する方法もあるが、かかる方法を用いると酸濃度が高いため中和に要するアルカリも多量に必要となり、沈殿を正確して乾燥しても製品中に20%程度という多量の塩が残留して製品の品質を低下せしめる結果となる。これを回避するために通常は反応を終了させるに際し水を含むアルコールで繰り返し洗浄を行ない過剰の酸を除去する方法が用いられる。こうして得られる沈殿を一にアンモニアとアルコールの混合物で処理し再び同様にして洗浄を行なう必要があり、操作が煩雑となると同時に設備も複雑となり、アルコールの使用量も増大しコスト高になるという問題がある。

本発明はこのような問題点のなく、効率の良い部分アミド化ベクチンの製造方法を提供することにある。

#### 【問題点を解決するための手段】

本発明の要旨は乾燥状態のベクチン含有植物を酸で膨潤させてベクチンを部分的に脱メトキシル

化し、次いでベクチンを溶解して不溶解分を分離した後ベクチンを沈殿させ、得られる沈殿物に実質上沈殿が溶解しない状態でアンモニア水を作用させて部分的に脱メトキシル化し、部分アミド化する部分アミド化ベクチンの製造方法にある。即ちベクチン含有植物を酸処理してメトキシル化度を低下せしめ、ベクチンを分離した後そのベクチンをアンモニアでさらに脱メトキシル化すると同時にアミド化する方法にある。

本発明において用いられる酸としては塩酸、硫酸、硝酸等の無機酸が好ましく用いられる。酢酸やクエン酸等の有機酸も用いることができるが、收率が低くなるという欠点がある。

酸による脱メトキシル化は乾燥状態のベクチン含有植物に酸を添加することにより行なわれるが、添加する酸の濃度は0.1規定以上であることが好ましい。これより低いと反応に長時間を要するようになる。酸の添加方法は噴霧あるいはブレンダー等によるブレンド等いずれの方法もとれるが、酸と該植物を均一に配合するよう注意を払うこと

が特に好ましい。

脱メトキシル化において酸は触媒として働くため特に酸の量が規定されるものではないが、該植物乾燥重量 1 kg に対して 0.5 ~ 2.0 グラム当量 % 程度用いることが好ましい。脱メトキシル化で用いられた酸はそのまま除去せずに必要ならば酸を追加し、且つ水を添加して濃度を調節して抽出すれば同じ酸を脱メトキシル化にも抽出にも用い得るので好ましい。脱メトキシル化に用いる酸の量が抽出に用いる酸の量より多くなってもよいが、該量を越えると抽出前に部分洗浄あるいは中和が必要となる。従って脱メトキシル化に用いる酸の量が抽出に必要な酸の量と同等又はそれ以下であることが好ましい。又、脱メトキシル化の為の酸水溶液の量は乾燥状態の該植物の重量以下となる量を用いることが好ましい。これは必要な酸に対し不必要に水が多くなると酸の濃度が低下し、反応時間が長くなるため均一な混合のし易さと反応時間のかねあいから水溶液の量が乾燥状態の該植物の重量以下となる量であることが好ましいこと

を見出したことによる。濃厚な酸を用いても均一にブレンドさえできれば特に問題は生じないため酸濃度に関する上限はない。例えばスプレー法を用いる場合には比較的濃厚な酸を用いることができる。該植物に酸を含浸せしめた後は水分等の蒸発等により濃度変化が生じないように脱メトキシル化反応中は密閉しておくことが好ましい。ベクチンのメトキシル化度を第 1 段目での所望の値に調節するには脱メトキシル化の反応時間、酸の濃度、酸の量、反応温度等を適宜調節すればよい。

アンモニア水による処理においては沈殿物を実質的に溶解させない状態で処理させる必要がある。即ち、アンモニア水溶液と水混和性有機溶剤の混合溶液を用いて処理することが好ましい。アンモニア水溶液と水混和性有機溶剤の容量比は 1 / 1 ~ 1 / 2 であることが好ましく、且つ、沈殿物と該混合溶液の重量 / 容量比が 1 / 1 ~ 1 / 3 であることが好ましい。系全体に対するアンモニアの濃度は 0.5 乃至 1.5 規定程度であることが好ましくこのような条件では室温での必要な反応時間は

30 分乃至数時間程度でよい。系のアンモニア濃度が低すぎる場合は反応に長時間を要するため好ましくなく、高すぎる場合は反応速度が早すぎて制御が困難となる。

#### 【実施例】

以下に実施例を用いて本発明をさらに詳しく説明する。

なお実施例において、メトキシル化度、アミド化度はフードケミカルズコーデックス (Food Chemicals Codex) 第 3 版に記載された方法に依った。又、ゲル強度は糖度 31%、pH 3.0、ベクチン 1%、カルシウム 250 mg/kg - ゲルの組成のものを作成し、ネオカドメーターを用いて測定した。

#### 実施例 1

レモンの搾汁果皮の乾燥物 3.0 kg に 3 回定の塩酸水溶液 1 L を添加混合した。該果皮はこの水溶液で膨潤した状態になった。これをポリエチレン製袋に入れて密閉し、25 °C で 72 時間放置した。しかる後該果皮を抽出槽に入れ、水を加え全

量が 100 L となるようにし、昇温して 90 °C で 30 分間攪拌抽出を行なった。抽出液の pH は 2.0 であった。次に不溶解分を遠心分離して除去し、得られた上澄液に珪藻土通過助剤を 400 g 加え加圧通過して清澄透液 7.8 kg を得た。この透液に 60% 容量濃度となるようにイソプロピルアルコールを加え析出したベクチンの沈殿を分離し、圧搾して固形分濃度 25% の沈殿 2.4 kg を得た。この沈殿に 60% 容量濃度のイソプロピルアルコール 4.4 L と 25% のアンモニア水 400 mL を加え攪拌混合して 3 時間反応させた。次いで濾出液で pH 4.0 にして、沈殿を分離、圧搾した。この沈殿に対し 2 倍量のイソプロピルアルコールを加え沈殿中に含まれる塩を溶解した後、再度沈殿を分離圧搾し、次いで乾燥、粉砕して粉末ベクチン 5.8 g を得た。得られたベクチンのメトキシル化度は 30.0% であり、アミド化度は 1.63% であった。又、ゲル強度は 163 g/cm² であった。尚、アンモニア処理を実施する前のベクチンのメトキシル化度は 57.1% であった。

## 実施例 2

オレンジの搾汁果皮の乾燥物 3.0 kg に 2.3 満定の塩酸水溶液 1550 mL を添加混合した。該果皮はこの水溶液で膨潤した状態になった。これをポリエチレン製袋に入れて密閉し、30°C で 20 時間放置した。以下アンモニア水処理として 60% 容量濃度のイソプロピルアルコール 4.2 と 25% のアンモニア水 27.0 mL を用いた以外は実施例 1 と同様にして粉末ベクチンを得た。なお抽出時の pH は 2.1 であった。得られたベクチンのメトキシル化度は 36.4% であり、アミド化度は 12.0% であった。又、ゲル強度は 148 g/cm<sup>2</sup> であった。尚、アンモニア処理を実施する前のベクチンのメトキシル化度は 52.3% であった。

## 比較例 1

まえもって酸水溶液で乾燥果皮を膨潤させた状態で密封放置することをせず、抽出以後の条件はアンモニア水処理として 60% 容量濃度のイソプロピルアルコール 4.2 と 25% のアンモニア水 45.0 mL を用いた以外は実施例 1 と同様にしてレモン

搾汁果皮の乾燥物 3.0 kg からベクチンを製造した。得られたベクチンのメトキシル化度は 28.6% であり、アミド化度は 20.3 であった。又、ゲル強度は 124 g/cm<sup>2</sup> であった。ベクチンは通常砂糖やブドウ糖等の安価な希釈剤を添加したコンパウンドとして用いられるが、希釈剤を添加するとゲル強度が低下する。このコンパウンドはその用途に応じて所定のゲル強度を必要とするが、この 124 g/cm<sup>2</sup> というようなゲル強度のベクチンでは必要なゲル強度のコンパウンドが得られないか、得られたとしても希釈剤をほとんど添加できないのでコンパウンドのコストが高くなり経済的に不利となる。

## 【発明の効果】

以上の実施例から明らかのようにあらかじめベクチン含有植物を酸で処理し、次いでベクチンを分離した後アンモニア処理する本願発明は高品質のベクチンを得ることができ、従来技術におけるようなベクチンの分子量の過度の低下をまねいたり、その後の中和により生成する塩の洗浄が比較

的容易であるという優れた効果を有している。又、抽出に用いる酸でメトキシル化の調節ができるので経済的である。

特許出願人 三菱アセテート株式会社

代理人 弁理士 吉澤 敏夫



# EUROPEAN PATENT OFFICE

13

## Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 61076502  
PUBLICATION DATE : 19-04-86

APPLICATION DATE : 21-09-84  
APPLICATION NUMBER : 59198334

APPLICANT : MITSUBISHI ACETATE CO LTD;

INVENTOR : YOSHII HIDEKI;

INT.CL. : C08B 37/06

TITLE : PRODUCTION OF PARTIALLY AMIDATED PECTIN

ABSTRACT : PURPOSE: To produce an amidated pectin having high quality, without lowering, molecular weight, in high efficiency, by treating a pectin-containing vegetable with an acid to effect the partial demethoxylation, separating the pectin, and treating the separated pectin with ammonia.

CONSTITUTION: A dried pectin-containing vegetable (e.g. peel of citrus fruit) is swollen with an acid (usually an  $\geq 0.1N$  aqueous solution of an inorganic acid such as hydrochloric acid, sulfuric acid, etc. in an amount of 0.5~2.0g- equivalent % based on 1kg of the dry vegetable) to effect the partial de methoxylation of pectin. If necessary, the system is added with additional acid, and water is added thereto to effect the dissolution of pectin. After separating the insoluble component, the pectin is precipitated, the precipitate is treated with ammonia water under the condition to keep the precipitate essentially from dissolution, and the product is subjected to the simultaneous demethoxylation and amidation.

COPYRIGHT: (C)1986,JPO&Japio

# JAPANESE PATENT PUBLICATION (A)

(11)Publication number : **61-076502**

(43)Date of publication of application : **19.04.1986**

---

(51)Int.CI. **C08B 37/06**

---

(21)Application number : **59-198334** (71)Applicant : **MITSUBISHI ACETATE  
CO LTD**

(22)Date of filing : **21.09.1984** (72)Inventor : **SUZUKI SHIYOUJI  
NINOMIYA HIROFUMI  
YOSHII HIDEKI**

---

## **(54) METHOD FOR PRODUCING PARTIALLY AMIDATED PECTIN**

---

### **SPECIFICATION**

#### **1. TITLE OF THE INVENTION**

Method for Producing Partially Amidized Pectin

#### **2. CLAIMS**

1. A method for producing a partially amidized pectin comprising causing a pectin-containing plant in a dry state to swell by an acid to partially demethoxylate the pectin, then dissolving the pectin and separating the insolubles, then causing the pectin to precipitate, and causing ammonia water to act upon the obtained precipitate for partial demethoxylation and partially amidization in a state where the precipitate is substantially not dissolved.

2. A method for producing a pectin as set forth in claim 1, wherein the amount of the acid used for the demethoxylation is equivalent to or less than the amount of the acid required for extraction.

3. A method for producing a pectin as set forth in claim 1, wherein the acid used for the demethoxylation is an aqueous solution, the concentration of the solution is 0.1N or more, and the solution is used in amount not more than the weight of the plant in the dry state.

#### **3. DETAILED DESCRIPTION OF THE INVENTION**

[Field of Utilization in Industry]

The present invention relates to a method for producing a pectin. In further detail, it relates to a method for producing an amide type pectin comprising partially demethoxylating an ester portion of a partially methyl esterified D-galacturonic acid of a pectin and partially amidizing the same when extracting a pectin from a pectin-containing plant such as citrus peel.

The properties of pectins differ according to the degree of methoxylation of the D-galacturonic acid in the pectin molecule. Pectins having a degree of methoxylation of 50% or more are classified as high methoxy (HM) pectins, while those having a degree of methoxylation of less than 50% are classified as low methoxy (LM) pectins. Further, in HM pectins, the gelation speed differs according to the degree of methoxylation thereof, so these pectins are classified as a rapid set, a medium set, and a slow set according to the degree of methoxylation thereof. In LM pectins, the properties such as the hardness of the gel and elasticity differ according to the degree of methoxylation, so the adjustment of the degree of methoxylation is important for producing a pectin.

Further, LM pectins include two types, that is, LM pectins extracted by acid as they are and partially amidized LM pectins. The partially amidized pectins are characterized in that the optimum gelled calcium concentration range at the time of gelation by calcium is wide, so a good gel can be easily obtained, and further a gel having relatively high strength is easily obtained.

[Prior Art]

If producing a pectin without demethoxylation of the pectin, only a so-called rapid set HM pectin, for example, a pectin having a 70 to 75% degree of methoxylation with pectin extracted from peel of squeezed lemons or a pectin having a 67 to 72% degree of methoxylation with pectin extracted from peel of squeezed oranges, can be obtained. In order to obtain a pectin having the desired degree of methoxylation, it is necessary to perform the demethoxylation by an acid, alkali, or enzyme. When ammonia is used as the alkali at this time, partial amidation simultaneously occurs, whereby a partially amidized pectin is obtained.

As the method for producing a partially amidized LM pectin, there are a method of treating roughly prepared pectin obtained by extraction and precipitation in a usual pectin production process by a mixture of ammonia and an alcohol and a method of treating roughly prepared pectin by an acid-containing alcohol, then treating the same by a mixture of ammonia and an alcohol.

[Problems to be Solved by the Invention]

Among these methods, the former method require that demethoxylation be

carried out up to a degree required for performing the demethoxylation and the partial amidation at one stage, so it is necessary to raise the ammonia concentration and make the reaction time long. When performing the demethoxylation under such severe conditions, particularly in the presence of an alkali such as ammonia, the drop in the molecular weight, that is, the drop in the quality of the pectin due to cleavage of the glycoside bonds, cannot be avoided and in certain cases the product yield is also lowered.

In the latter case, the first state treatment method calls for reacting the obtained dehydrated precipitate with acid aqueous solution/alcohol of a volume ratio of about 1/1 to 1/2, a precipitate/acid-containing alcohol of a weight/volume ratio of about 1/1 to 1/3 and a concentration of acid with respect to the entire system of about 1 to 3N for several tens of hours. There is also a method of adding an alkali to the system to neutralize it at the end of this reaction, but if using such a method, since the acid concentration is high, a large amount of the alkali is also required for the neutralization. Even if pressing and drying the precipitate, a large amount of salt such as about 20% remains in the product and consequently lowers the quality of the product. In order to avoid this, usually, when ending the reaction, use is made of a method of repeatedly washing the reaction system by alcohol containing water to remove the excess acid. It is necessary to treat the thus obtained precipitate by a mixture of ammonia and an alcohol and wash it again in the same way as the former method, so there are the problems that the operation becomes complex, the equipment becomes complex, and the amount of usage of the alcohol increases, so the cost becomes high.

The present invention provides a method for producing a partially amidized pectin free from such problems and having a high efficiency.

#### [Means for Solving the Problem]

The gist of the present invention resides in a method for producing a partially amidized pectin comprising causing a pectin-containing plant in a dry state to swell by an acid to partially demethoxylate the pectin, then dissolving the pectin and separating the insolubles, then causing the pectin to precipitate, and causing ammonia water to act upon the obtained precipitate for partial demethoxylation and partially amidization in a state where the precipitate is substantially not dissolved. an the weight of the plant in the dry state. Namely, it resides in the method of treating a pectin-containing plant by an acid to lower the degree of methoxylation, separating the pectin, then further demethoxylating the pectin by ammonia and, at the same time, amidizing it.

As the acid used in the present invention, preferably use is made of an organic acid such as hydrochloric acid, sulfuric acid, and nitric acid. Also, an organic acid such

as acetic acid and citric acid can be used, but these have the defect that the yield becomes low.

The demethoxylation by the acid is carried out by adding the acid to the pectin-containing plant in the dry state. Preferably the concentration of the added acid is 0.1N or more. When lower than this, the time required for the reaction becomes long. Any method such as spraying or blending by a blender can be employed as the method of addition of the acid, but it is particularly preferable to exercise care so as to homogeneously mix the acid and the plant.

The acid acts as a catalyst in the demethoxylation, so the amount of the acid is not particularly limited, but it preferably used in about 0.5 to 2.0 grams equivalent weight with respect to 1 kg dry weight of the plant. It is preferable not to remove the acid used in the demethoxylation as it is, but if necessary furthering adding acid and adding water to adjust the concentration for extraction, whereby the same acid can be used for both the demethoxylation and the extraction. The amount of the acid used for the demethoxylation may become larger than the amount of the acid used for the extraction, but when it exceeds the amount of the acid used for the extraction, partial washing or neutralization becomes necessary before the extraction. Accordingly, preferably the amount of the acid used for the demethoxylation is equivalent to or less than the amount of the acid required for the extraction. Further, preferably use is made of the acid aqueous solution for the demethoxylation in an amount that becomes the weight of the plant in the dry state or less. This is because the present inventors found the fact that, when the amount of the water unnecessarily became large with respect to the required acid, the concentration of the acid was lowered and the reaction time became long, therefore preferably the amount of the aqueous solution was not more than the weight of the plant in the dry state considering both of the facility of homogeneous mixing and the reaction time. Even if concentrated acid is used, so long as the homogeneous blending can be carried out, there is no particular problem, so there is no upper limit on the acid concentration. For example, when using the spraying method, relatively concentrated acid can be used. After the plant is impregnated with the acid, preferably the reaction system is sealed during the demethoxylation reaction so as not to alloow a change in the concentration due to the evaporation of moisture etc. In order to adjust the degree of methoxylation of the pectin to the desired value in the first stage, the reaction time of the demethoxylation, the concentration of the acid, the amount of the acid, the reaction temperature, etc. may be appropriately adjusted.

In the treatment by the ammonia water, it is necessary to perform the treatment in a state where the precipitate is not substantially dissolved. Namely, preferably the

treatment is carried out by using a mixed solution of the aqueous ammonia solution and a water miscible organic solvent. The volume ratio between the aqueous ammonia solution and the water miscible organic solvent is preferably 1/1 to 1/2, and the weight/volume ratio between the precipitate and the mixed solution is 1/1 to 1/3. The concentration of the ammonia with respect to the entire system is preferably about 0.5 to 1.5N. Under such conditions, the required reaction time at room temperature may be about 30 minutes to a few hours. When the ammonia concentration of the system is too low, a long time is required for the reaction, so this is not preferred, while when it is too high, the reaction speed is too fast, so control becomes difficult.

#### [Examples]

Below, a detailed explanation will be given of the present invention by using examples.

Note that, in the examples, the degree of methoxylation and the degree of the amidation were according to the method disclosed in the *Food Chemicals Codex*, 3rd edition. Further, the strength of gel was measured by preparing a reaction system having a gel composition of a sugar degree of 31%, a pH of 3.0, 1% of pectin, and 250 mg/kg of calcium, and using a neocadometer.

#### Example 1

1 liter of a 1N hydrochloric acid aqueous solution was added to 3.0 kg of dried peel of squeezed lemons and mixed. The peel swelled due to this aqueous solution. This was placed in a polyethylene bag and sealed, then allowed to stand at 25°C for 72 hours. After a while, the peel was placed in an extraction tank, water was added to 100 liters, the temperature was raised, and the mixture was stirred and extracted at 90°C over 30 minutes. The pH of the extract was 20. Next, the insolubles were removed by centrifugal separation, and 400 g of a diatomaceous earth filter aid was added to the obtained supernatant which was then filtered under pressure to thereby obtain 7.8 kg of a clear filtrate. Isopropyl alcohol was added to this filtrate to a 60 vol% concentration, and the precipitate of the precipitated pectin was separated and pressed to thereby obtain 2.4 kg of a precipitate having a solids concentration of 25%. 4.4 liters of isopropyl alcohol having a 60 vol% concentration and 400 ml of 25% ammonia water were added to this precipitate. The result was mixed by stirring and reacted for 3 hours. Then, the pH was controlled to 4.0 by concentrated hydrochloric acid, and the precipitate was separated and pressed. An amount of isopropyl alcohol two times the amount of the precipitate was added to this precipitate, the salt contained in the precipitate was dissolved, then the precipitate was separated and pressed again, then dried and crushed to thereby obtain 58 g of a pectin powder. The degree of methoxylation of the obtained

pectin was 30.0%, and the degree of the amidation was 16.3%. Further, the strength of the gel was 163 g/cm<sup>2</sup>. Note that the degree of methoxylation before the ammonia treatment was 57.1%.

#### Example 2

1550 ml of a 2.3N hydrochloric acid aqueous solution was added to 3.0 kg of dried peel of squeezed oranges and mixed. The peel swelled due to this aqueous solution. This was placed in a bag made of polyethylene and sealed and allowed to stand at 30°C for 20 hours. After this, the same treatment as that in Example 1 was carried out to obtain a pectin powder except for using 4 liters of isopropyl alcohol having a 60 vol% concentration and 270 ml of 25% ammonia water in the ammonia water treatment. Note that the pH at the time of the extraction was 2.1. The degree of methoxylation of the obtained pectin was 36.4%, and the degree of the amidation was 12.0%. Further, the strength of the gel was 148 g/cm<sup>2</sup>. Note that the degree of methoxylation before the ammonia treatment was 52.3%.

#### Comparative Example 1

The same procedure was followed as in Example 1 to produce pectin from 3.0 kg of dried peel of squeezed lemons except for not causing the dried peel to swell by an acid aqueous solution in advance and in that state sealing and allowing the peel to stand and making the conditions after the extraction the use of 4 liters of isopropyl alcohol having a 60 vol% concentration and 450 ml of 25% ammonia water in the ammonia water treatment. The degree of methoxylation of the obtained pectin was 28.6%, and the degree of the amidation was 20.3%. Further, the strength of the gel was 124 g/cm<sup>2</sup>. A pectin is usually used as a compound added with a cheap diluent such as sugar or grape sugar, but if adding a diluent, the strength of the gel is lowered. This compound needs a predetermined strength of the gel in accordance with the purpose thereof. A compound having a required strength of the gel cannot be obtained by a pectin having a strength of the gel such as 124 g/cm<sup>2</sup>, or even if it can be obtained, almost no diluent can be added, therefore the cost of the compound becomes high, so it becomes economically disadvantageous.

#### [Effect of the Invention]

As apparent from the above examples, the invention of the present application comprising treating a pectin-containing plant by an acid in advance, separating the pectin, then treating the same by ammonia has the excellent effects that it can give a high quality pectin, no excess drop in the molecular weight of the pectin as in the prior art is induced, the washing of the salt generated by the neutralization after that is relatively easy, and so on. Further, the methoxylation can be adjusted by the acid used

**for the extraction, so the method is economical.**